

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-268400

(43)Date of publication of application : 17.10.1995

(51)Int.CI.

C11D 17/06

C11D 3/10

C11D 3/12

C11D 11/00

(21)Application number : 06-082468

(71)Applicant : LION CORP

(22)Date of filing : 28.03.1994

(72)Inventor : OTANI MASAHIKO

FUKUTOME SHINICHI

ABE SEIJI

(54) GRANULAR NONIONIC DETERGENT COMPOSITION AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a granular nonionic detergent composition prevented from exuding a nonionic surfactant and excellent in solubility.

CONSTITUTION: In producing a granular detergent by stirring (a) 10–70wt.% of a nonionic surfactant, (b) 5–50wt.% of a crystalline aluminosilicate, (c) ≥0.2wt.% and <5wt.% of porous inorganic oxide powder, (d) ≥5wt.% and <75wt.% of sodium carbonate and (e) 0.1–50wt.% of a nonionic gelling agent and then granulating the resultant mixture, (1) the nonionic gelling agent is dissolved into a solvent and used as a liquid or (2) the nonionic gelling agent is heated to the melting point or above and mixed with the nonionic surfactant or (3) the nonionic gelling agent is added to other components in a state of solid when stirred and granulated.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than withdrawal
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application] 02.04.1998

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-268400

(43)公開日 平成7年(1995)10月17日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

序内整理番号

P I

技術表示箇所

C 11 D 17/06

3/10

3/12

11/00

審査請求 未請求 請求項の数3 FD (全7頁)

(21)出願番号

特願平6-82468

(71)出願人

000006769
ライオン株式会社

京京都墨田区本所1丁目3番7号

(72)発明者

大谷 正彦
東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ
ン株式会社内

(72)発明者

福留 信一
東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ
ン株式会社内

(72)発明者

阿部 誠治
京京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ
ン株式会社内

(74)代理人

弁理士 白村 文男

(22)出願日

平成6年(1994)3月28日

(54)【発明の名称】 粒状ノニオン洗剤組成物およびその製造方法

(57)【要約】

【構成】 (a) ノニオン界面活性剤：10～70重量%、
 (b) 結晶性アルミニウム酸塩：5～50重量%、
 (c) 多孔質無機酸化物粉体：0.2重量%以上5重量%未満、(d) 炭酸ナトリウム：5重量%以上75重量%未満、(e) ノニオングル化剤：0.1～50重量%を搅拌造粒して洗剤粒子を製造するに際し、
 ①ノニオングル化剤を溶媒に溶解させて用いて、②ノニオングル化剤を融点以上に加热してノニオン界面活性剤に混合して、③ノニオングル化剤を固体のまま搅拌造粒時に添加して粒状ノニオン洗剤組成物を製造する。

【効果】 ノニオン界面活性剤のしみだしが防止され、しかも溶解性に優れた粒状ノニオン洗剤組成物が得られる。

(2) 特開平7-268400

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 以下の(a)～(e)成分を含有することを特徴とする粒状ノニオン界面活性剤組成物。

(a) ノニオン界面活性剤：10～70重量%

(b) 結晶性アルミノ硅酸塩：5～50重量%

(c) 多孔質無機酸化物粉体：0.2重量%以上5重量%未満

(d) 炭酸ナトリウム：5重量%以上7.5重量%未満

(e) ノニオングル化剤：0.1～5.0重量%

【請求項2】 以下の(a)～(e)成分を搅拌造粒して洗剤粒子を製造するに際し、

(a) ノニオン界面活性剤：10～70重量%

(b) 結晶性アルミノ硅酸塩：5～50重量%

(c) 多孔質無機酸化物粉体：0.2重量%以上5重量%未満

(d) 炭酸ナトリウム：5重量%以上7.5重量%未満

(e) ノニオングル化剤：0.1～10重量%

(e) ノニオングル化剤を溶媒に溶解させた液状グル化剤を、上記搅拌造粒時に添加することを特徴とする粒状ノニオン界面活性剤組成物の製造方法。

【請求項3】 以下の(a)～(e)成分を、それぞれ下記の量で用い、

(a) ノニオン界面活性剤：10～70重量%

(b) 結晶性アルミノ硅酸塩：5～50重量%

(c) 多孔質無機酸化物粉体：0.2重量%以上5重量%未満

(d) 炭酸ナトリウム：5重量%以上7.5重量%未満

(e) ノニオングル化剤：0.1～5.0重量%

(e) ノニオングル化剤の融点温度以上にて(a)ノニオン界面活性剤と(e)ノニオングル化剤を溶解・混台し、

得られた混合物と(b)結晶性アルミノ硅酸塩、(c)多孔質無機酸化物粉体および(d)炭酸ナトリウムを搅拌造粒して洗剤粒子とすることを特徴とする粒状ノニオン界面活性剤組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、長期保存時に製品からのノニオン界面活性剤のしみだしが少ない、ノニオン界面活性剤を主成分とする粒状洗剤組成物およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 ノニオン界面活性剤は、一般に低泡性であり、洗浄力が水の硬度の影響を受けにくく、特に泥汚れや低温での汚れ分散性にも優れている。さらに生分解性が良好で環境負荷が低く、低毒性で安全性にも問題がない優れた界面活性剤である。このノニオン界面活性剤を主成分とした粒状洗剤の製造方法としては、例えば特開昭52-101211号公報、特開昭62-263299号公報、特開昭57-159898号公報などに従

2

ケの方法が提案されている。

【0003】 しかしながら、ノニオン界面活性剤は一般に常温で液状であり、ノニオン粒状洗剤製品から洗剤容器へのノニオン界面活性剤のしみだしが懸念されている。ノニオン界面活性剤が洗剤容器にしみだすことにより、製品外観の悪化、容器接触部分でのノニオン界面活性剤の減少による洗浄力の低下、ならびに洗剤粒子の沈動性、耐ケーリング性に悪影響を及ぼすことも予想される。

【0004】 特開平4-339898号公報では、非晶質の吸油性担体を5～20%配合することによりノニオン界面活性剤のしみだしの改善を図っているが、この成分は粉だちがひどく、洗剤中に多量に配合すると製造時および洗濯の際の使用時に発塵が多く発生し、作業性の悪化や“むせ”による不快感が生じるという問題がある。

【0005】 また、特開平4-502423号公報にはノニオン界面活性剤をゲル化して用いる製造法が提唱されているが、この方法だとゲル化物の移送が問題となり現実的な方法とは言えない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、長期保存時における“しみだし”が防止された粒状ノニオン界面活性剤組成物を製造することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】 我々は、この問題について脱意検討した結果、ノニオン界面活性剤、結晶性アルミノ硅酸塩、多孔質無機酸化物粉体、炭酸ナトリウムおよびノニオングル化剤を特定量で配合することにより解決することを見い出した。また、この問題について製造方法の面から脱意検討した結果、ノニオン界面活性剤、アルミノ硅酸塩、多孔質無機酸化物粉体および炭酸ナトリウムを搅拌造粒して洗剤粒子を製造するに際し、

【0008】 ①ノニオングル化剤を溶媒に溶かして液状にして同時添加することにより、あるいは

②ノニオン界面活性剤とノニオングル化剤とを、ノニオングル化剤の融点以上で溶解混合し、液状の状態で添加することにより、あるいは

③ノニオングル化剤を固体のまま搅拌造粒機内に添加することにより、通常、常温で液状もしくはペースト状のノニオン界面活性剤がゲル化剤の作用によりゲル化されて上記のしみだしの問題を解決できることを見出し本発明を完成した。

【0009】 すなわち、本発明の粒状ノニオン界面活性剤組成物は、以下の(a)、(b)、(c)、(d)および(e)成分を含有することを特徴とする。

(a) ノニオン界面活性剤：10～70重量%

(b) 結晶性アルミノ硅酸塩：5～50重量%

(c) 多孔質無機酸化物粉体：0.2重量%以上5重量%未満。

(3) 特開平7-268400

4

- 3
- (d) 炭酸ナトリウム：5重量%以上7.5重量%未満。
 (e) ノニオングル化剤：0.1～5.0重量%。
- 【0010】また、本発明の第1の粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法（以下、A法と呼ぶ）は、以下の(a)～(e)成分を、搅拌造粒して洗剤粒子を製造するに際し、(e)ノニオングル化剤を溶媒に溶解しないし分解させた液状グル化剤を、上記搅拌造粒時に添加することを特徴とする。
- (a) ノニオン界面活性剤：1.0～7.0重量%。
 (b) 結晶性アルミノ硅酸塩：5～50重量%。
 (c) 多孔質無機酸化物粉体：0.2重量%以上5重量%未満。
 (d) 炭酸ナトリウム：5重量%以上7.5重量%未満。
 (e) ノニオングル化剤：0.1～1.0重量%。
- 【0011】さらに、本発明の第2の粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法（以下、B法と呼ぶ）は、以下の(a)～(e)成分をそれぞれ下記の量で用い、(e)ノニオングル化剤の融点温度以上にて(a)ノニオン界面活性剤に(e)ノニオングル化剤を溶解、混合し、得られた混合物と(b)結晶性アルミノ硅酸塩、(c)多孔質無機酸化物粉体および(d)炭酸ナトリウムを搅拌造粒して洗剤粒子とすることを特徴とする。
- 【0012】(a) ノニオン界面活性剤：1.0～7.0重量%。
 (b) 結晶性アルミノ硅酸塩：5～50重量%。
 (c) 多孔質無機酸化物粉体：0.2重量%以上5重量%未満。
 (d) 炭酸ナトリウム：5重量%以上7.5重量%未満。
 (e) ノニオングル化剤：0.1～5.0重量%。
- 【0013】また、本発明の第3の粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法（以下、C法と呼ぶ）は、以下の(a)～(e)成分を搅拌造粒して洗剤粒子とすることを特徴とする。
- (a) ノニオン界面活性剤：1.0～7.0重量%。
 (b) 結晶性アルミノ硅酸塩：5～50重量%。
 (c) 多孔質無機酸化物粉体：0.2重量%以上5重量%未満。
 (d) 炭酸ナトリウム：5重量%以上7.5重量%未満。
 (e) ノニオングル化剤：0.1～5.0重量%。
- 【0014】
 【発明の実施態様】本発明で使用されるノニオン界面活性剤としては、以下のものを挙げることができる。
- (1) 炭素数6～22、好ましくは8～18の脂肪族アルコールに炭素数2～4のアルキレンオキシドを平均3～30モル、好ましくは7～20モル付加したポリオキシアルキレンアルキル（またはアルケニル）エーテル。この中でも、ポリオキシエチレンアルキル（またはアルケニル）エーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキル（またはアルケニル）エーテルが好適である。

- 【0015】(2) ポリオキシエチレンアルキル（またはアルケニル）フェニルエーテル
 (3) 長鎖脂肪酸アルキルエステルのエステル結合間にアルキレンオキシドが付加した下記化1の一般式(1)で示される脂肪酸アルキルエステルアルコキシレート
- 【0016】
 【化1】

$$R_1 CO(OA)n OR_2 \dots (1)$$

(R₁: CO:炭素数6～22、好ましくは8～18の脂肪酸残基
 OA: OCH₂CH₂等の炭素数2～4、好ましくは2～3のアルキレンオキシドの付加単位
 n: アルキレンオキシドの平均付加モル数を示し、3～30、好ましくは7～20の数
 R₂: 炭素数1～3の低級アルキル基)

【0017】(4) ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル
 (5) ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル
 (6) ポリオキシエチレン脂肪酸エステル

29 (7) ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油
 (8) グリセリン脂肪酸エステル

【0018】上記のノニオン界面活性剤の中でもポリオキシエチレンアルキル（またはアルケニル）エーテル、脂肪酸メチルエステルにエチレンオキシドが付加した脂肪酸メチルエステルエトキシレートが特に好適に用いられる。(a)成分のノニオン界面活性剤は、1.0～7.0重量%、好ましくは1.0～6.0重量%の量で配合されて搅拌造粒される。この配合量が1.0重量%未満では、ノニオン界面活性剤の優れた洗浄特性を生かすことができず、一方、7.0重量%を超えると搅拌造粒機内への付着が著しく増大し、造粒が困難となる。

【0019】(b)成分の結晶性アルミノ硅酸塩としては、平均粒径0.1～1.0 μmの合成ゼオライトなどが好適に使用される。(b)成分の結晶性アルミノ硅酸塩は、5～50重量%、好ましくは20～40重量%の量で配合されて搅拌造粒される。この配合量が5重量%未満では造粒物がダマ化もしくはペースト状となって造粒不能となり、一方、50重量%を超えると造粒時間が伸びて製造能力が低下する。

40 【0020】(c)成分の多孔質無機酸化物粉体としては、Si:O:分を5.0重量%以上含むものが好適であり、非晶質シリカ（商品名：トクシール（徳山曹達）、アエロシリ（日本アエロジル）、結晶性硅酸カルシウム（商品名：フローライト（徳山曹達））、結晶性硅酸マグネシウム（商品名：ウォラストナイト（林化成））などが挙げられる。(c)成分の多孔質無機酸化物粉体は、0.2重量%以上5重量%未満、好ましくは1～4重量%の量で搅拌造粒時に配合される。この配合量が0.2重量%未満では造粒物がダマ化もしくはペースト状となって造粒不能となり、一方、5重量%以上では製

50

(4)

特開平7-268400

5

品の発塵性が悪化し、使用時に「ムセ」などの問題が生じる懸念がある。

【0021】(d)成分の炭酸ナトリウムとしては、高密度の高い重質炭酸ナトリウム（商品名：粒灰（旭化成））、高密度の低い軽質炭酸ナトリウム（商品名：軽灰（旭化成））などがある。(d)成分の炭酸ナトリウムは、5重量%以上7.5重量%未満の量で含まれるように搅拌造粒時に配合される。この配合量が7.5重量%以上となると、造粒時間が長くなり製造能力が低下する。

(d)成分の炭酸ナトリウムは、好ましくは10～60重量%の量で配合される。

【0022】(e)成分のノニオングル化剤は、ノニオン界面活性剤をゲル化するものであり、その具体例としては、一般に油ゲル化剤として知られている12-ヒドロキシステアリン酸、ジベンシリデンソルビトール、金属石鹼、N-アシルアミノ酸のアミド、エステル、アミン塩などの誘導体のようなアミノ酸系の物質、ポリスチレンプロックとポリブタジエンプロックからなるブロック共重合体、ポリノルボルネンなどが挙げられる。ここで、金属石鹼としてはステアリン酸リチウム、パルミチン酸アルミニウム、2-エチルヘキサン酸リチウムなどが用いられる。

【0023】アミノ酸系のゲル化剤としては、ラウロイルグルタミン酸ジブチルアミド、ジカブロイルリジンラウリルアミド、ジカブロイルリジンラウリルエステルなどがある。またデキストリン脂肪酸エステルとしては、デキストリンバルミチン酸エステルなどがある。

【0024】(e)成分のノニオングル化剤の中でも、本発明のA法においては、ジベンシリデンソルビトール、アミノ酸系ゲル化剤が好ましい。本発明のA法においては、(e)成分のノニオングル化剤は搅拌造粒物中に0.1～1.0重量%配合され、好ましくは1～9重量%配合される。この配合量が0.1重量%未満の場合は、ノニオン界面活性剤のしみだし防止効果が低く、一方、1.0重量%を超えると溶解している溶媒が造粒性に与える影響が無視できなくなる。

【0025】一方、本発明のB法及びC法においては、(e)成分のノニオングル化剤は、洗剤組成物中に0.1～5.0重量%配合され、好ましくは2～4.0重量%配合される。この配合量が、1重量%未満の場合は、ノニオン界面活性剤のしみだし防止効果が低く、一方、5.0重量%を超えると、洗剤粒子の溶解性が悪化し洗浄力に悪影響を与える。

【0026】また、本発明のC法においては、ノニオングル化剤としてポリスチレンプロックとポリブタジエンプロックからなるブロック共重合物の粉体、ポリノルボルネンなどが好ましい。

【0027】本発明の粒状ノニオン洗剤組成物には、通常洗剤原料に配合されている以下のような成分を配合することができ、これらは搅拌造粒時に配合してもよ

く、造粒により得られた洗剤粒子に粉体混台してもよい。

【0028】(1)無機質アルカリビルダー：炭酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、珪酸ナトリウムなど
(2)螢光剤：ビス（トリアジニルアミノ）スチルベンジスルホン酸誘導体、ビス（スルホスチリル）ビフェニル塩【チノパールCBS】など
(3)酵素：リバーゼ、プロテアーゼ、セルラーゼ、アミラーゼなど

10 【0029】(4)漂白剤：過炭酸ナトリウムなどの過炭酸塩、過過酸塩など

(5)帶電防止剤：ジアルキル型4級アンモニウム塩、第3級アミンなど

(6)表面改質剤：ベントナイト、カオリナイトなど

(7)陰イオン界面活性剤： α -スルホ脂肪酸メチルエステル塩、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩など

【0030】次ぎに、具体的な搅拌造粒工程について、A法、B法、C法の順で順次説明する。本発明のA法では搅拌造粒に先立って、(e)成分のノニオングル化剤を溶媒中に溶解して液状ゲル化剤とする。溶媒としては、ノニオングル化剤に応じて適宜のものが用いられ、

例えば、アミノ酸系油ゲル化剤に対しては、熱エタノール、酢酸が、ジベンシリデンソルビトールに対してはジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、N-メチル-2-ピロリドンなどが例示される。液状ゲル化剤中のノニオングル化剤の濃度は1～20重量%が好適であり、より好ましくは5～15重量%である。これにより、ノニオン界面活性剤のゲル化・均一分散が確実に達成されて、保存時におけるノニオン界面活性剤のしみだしを、いっそう防止することができる。

【0031】ついで、必須成分である(a)ノニオン界面活性剤、(b)成分の結晶性アルミノ珪酸塩、(c)成分の多孔質無機酸化物粉体および(d)成分の炭酸ナトリウムあるいは更に他の任意成分とともに搅拌造粒して平均粒径3.0～3000μmの粉粒状ないし顆粒状の洗剤粒子を得る。

【0032】具体的には、粉体原料を搅拌造粒装置に投入し、搅拌しながらノニオン界面活性剤と液状ゲル化剤を噴霧等により添加し、搅拌造粒する。得られる洗剤粒子中に、ノニオン界面活性剤がゲル化して均一分散され、ノニオン界面活性剤のしみだしが防止される。

【0033】本発明のB法では搅拌造粒に先立って、(e)成分のゲル化剤の融点温度以上の温度で、(a)成分のノニオングル化剤に(e)成分のノニオングル化剤を溶解、混合し、この混合物とその他の必須成分である(b)成分の結晶性アルミノ珪酸塩、(c)成分の多孔質無機酸化物粉体および(d)成分の炭酸ナトリウムあるいは更に他の任意成分を搅拌造粒して平均粒径3.0～3000μmの粉粒状ないし顆粒状の洗剤粒子を

(5)

特開平7-268400

8

7

得る。具体的には、粉体原料を鏡持造粒装置に投入し、鏡持しながら液状ゲル化剤を噴霧等により添加し、鏡持造粒する。ノニオン界面活性剤は、洗剤粒子中でゲル化して均一分散しており、ノニオン界面活性剤のしみだしが防止される。

【0034】本発明のC法では、(a)、(b)、(c)、(d)、(e)成分あるいは更に他の任意成分を鏡持造粒して平均粒径300~3000μmの粉粒状ないし顆粒状の洗剤粒子を得る。具体的には粉体原料およびノニオン界面活性剤を鏡持造粒する。ノニオン界面活性剤は、洗剤粒子中でゲル化して均一分散しており、ノニオン界面活性剤のしみだしが防止される。(e)成分のノニオングル化剤としては、ポリスチレンブロックとポリブタジエンブロックとかなるブロック共重合物の粉体、ポリノルボルネンなどが好適である。

【0035】また、上記A法およびB法ならびにC法のいずれにおいても、鏡持造粒された洗剤粒子に対してコーティング剤を添加してコーティングし、流动特性を改善することもできる。

【0036】コーティング剤としては、JIS200メッシュふるい通過分が50%以上である無機質粉体が好適であり、素材的には例えば、炭酸ナトリウム、炭酸カルシウム等の炭酸塩、非晶質シリカ、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム等のケイ酸塩、ゼオライト等のアルミニウム酸塩などが用いられる。

【0037】コーティング剤は、本発明の組成物中に0.5~1.5重量%配合される量で使用することが好ましく、より好ましくは1~1.0重量%である。さらに、必要に応じて酵素等の他の任意成分を粉体混合などにより外添することもできる。

【0038】

【発明の効果】本発明によれば、ノニオン界面活性剤、結晶性アルミニウム酸塩、多孔質無機酸化物粉体、炭酸ナトリウムおよびノニオングル化剤を配合して粒状ノニオン洗剤組成物とすることにより、ノニオン界面活性剤のしみ出しを防止できる。この粒状ノニオン洗剤組成物は、上記各成分を鏡持造粒することにより製造できる。

【0039】また、本発明のA法によれば、ノニオングル化剤を溶媒に溶解して液状ゲル化剤とし、ノニオン界面活性剤、結晶性アルミニウム酸塩、多孔質無機酸化物粉体および炭酸ナトリウムの造粒時に、上記の液状ゲル化剤を添加して鏡持造粒することにより、ノニオン界面活性剤のしみだしが防止された粒状ノニオン洗剤組成物を得られる。

【0040】さらに本発明のB法によれば、ノニオングル化剤をその融点温度以上でノニオン界面活性剤に溶解、混合したのち、この混合物と結晶性アルミニウム酸塩、多孔質無機酸化物粉体および炭酸ナトリウムを鏡持造粒することにより、ノニオン界面活性剤のしみだしが防止され、しかも溶解性に優れた粒状ノニオン洗剤組成

物が得られる。

【0041】

【実施例】実施例においては、以下の試験方法により各試料を評価した。

【0042】【しみだし試験】外側からコートボール紙(350g/m²)、ワックスサンド紙(30g/m²)、クラフトパブル紙(70g/m²)の三層からなる紙を用いて長さ15cm×巾9.3cm×高さ18.5cmの箱を作製した。この箱に試料1.5kgを10入れ、35°C、85%RHの恒温恒湿室中に40日間保存後、洗剤を全て取り出し、箱の内側の洗剤との接触部分のしみだしの度合を、目視で以下の基準で評価した。

○：しみだしが認められない

△：しみだしが少し認められる

×：しみだしが多く認められる

【0043】【溶解性試験】500mlビーカーに5°Cの水道水を入れ、洗剤製品5gを投入し5分間、250rpmの条件で鏡持した。溶け残っている洗剤粒子をナイロン布上に取り出し、105°Cで60分乾燥し、重量を測定して次の基準で評価した。

○：投入量中の溶解残分が、0~5重量%未満

△：投入量中の溶解残分が、5~20重量%未満

×：投入量中の溶解残分が、21重量%以上

【0044】実施例1

本発明の製造方法(A法)に従って、粒状ノニオン洗剤組成物を製造した。ノニオングル化剤-1としてN-ラウロリルグルタミン酸ジプロピルアミド(味の素(株)製)を熱エタノールに8重量%濃度となるように溶解したアルコール溶液に10重量%の水を混合し、液状ゲル化剤を調製した。

【0045】表1に示す粉体原料(合計体積8L)をレーディゲミキサー(松坂技研(株)製、M-20型)に投入し、主軸(200rpm)とチャッパー(6000rpm)の鏡持を開始した。これに表1のノニオン界面活性剤を1分間で全量投入した。

【0046】ついで、前述の液状ゲル化剤をノニオングル化剤として1.3%となるように添加し、平均粒径400μmとなるまで鏡持造粒し、ゼオライト微粉末でコーティングして本発明の粒状ノニオン洗剤組成物を製造した。この洗剤組成物のしみだし、溶解性を評価し、その結果を表1に示した。

【0047】実施例2~4

本発明の製造方法(B法)に従って、粒状ノニオン洗剤組成物を製造した。表1に示す量のノニオングル化剤-2として1,2-ヒドロキシステアリン酸(川研ファインケミカル(株)製)を80°Cに加熱して表1に示す量のノニオン界面活性剤に溶解し、液状のノニオン界面活性剤(ノニオングル化剤含有)を調製した。

【0048】表1に示す粉体原料(合計体積8L)をレーディゲミキサー(松坂技研(株)製、M-20型)に

(6)

特開平7-268400

9

投入し、主軸(200 rpm)とチャッパー(6000 rpm)の搅拌を開始した。これに上記ノニオン界面活性剤ノニオングル化剤含有を1分間で全量投入した。平均粒径400 μmとなるまで搅拌造粒し、ゼオライト微粉末でコーティングして本発明の粒状ノニオン洗剤組成物を製造した。この洗剤組成物のしみだし、溶解性を評価し、その結果を表1に示した。

【0049】実施例5

本発明の製造方法(B法)に従って、粒状ノニオン洗剤組成物を製造した。表1に示す量のノニオングル化剤-3として石鹼(ライオンオレオケミカル(株)製)を80°Cに加熱した表1に示す量のノニオン界面活性剤に溶解し、液状のノニオン界面活性剤(ノニオングル化剤含有)を調製した。このノニオン界面活性剤(ノニオングル化剤含有)を実施例2と同様な操作を行い、レーディグミキサーの粉体原料に添加・搅拌造粒を行い、本発明の粒状ノニオン洗剤組成物を製造した。この洗剤組成物のしみだし、溶解性を評価し、その結果を表1に示した。

【0050】実施例6

本発明の製造方法(C法)に従って、粒状ノニオン洗剤組成物を製造した。表1に示す量のノニオングル化剤-*

表1：洗剤組成および評価結果

組成(重量%) :	実施例						比較例	
	1	2	3	4	5	6	1	2
(a) ノニオン界面活性剤								
AEノニオン	25	12	25	48	25	-	25	-
FMEノニオン	-	-	-	-	-	25	-	12
(b) 微粒ゼオライト	30	35	35	30	35	30	30	12
(c) 非晶質シリカ	4	2	2	4	2	4	4	2
(d) 炭酸ナトリウム	28	34	21	2	21	19	29	10
(e) ノニオングル化剤								
ゲル化剤-1	1.3	-	-	-	-	-	-	-
ゲル化剤-2	-	4	4	4	-	-	-	55
ゲル化剤-3	-	-	-	-	4	-	-	-
ゲル化剤-4	-	-	-	-	-	10	-	-
少量成分							パラ NS	
評価結果:								
しみだし	○	○	○	○	○	○	△	○
溶解性	○	○	○	○	○	○	○	×

(註)

AEノニオン:炭素数12~15の脂肪酸アルコールにエチレンオキシドを平均9モル付加させたポリオキシエチレンアルキルエーテル(ライオン化学(株)製、ドバノックス251)

FMEノニオン:C_nH_nCO(OCH₂CH₂)_nOC_nH_n(ライオン化学(株)製、脂肪酸メチルエトキシート)

微粒ゼオライト:シリトンB(徳山岩造(株)製)
非晶質シリカ:トクシールN(徳山岩造(株)製)

炭酸ナトリウム:軽灰(旭硝子(株)製)

40 ゲル化剤-1:N-ラウロイルグルタミン酸ジブチルアミド(味の素(株)製)

ゲル化剤-2:1,2-ヒドロキシステアリン酸(川研ファインケミカル(株)製)

ゲル化剤-3:石鹼(アルキル基炭素数=18、ライオン(株)製)

ゲル化剤-4:KF21(KFトレーディング(株)製)、ポリスチレンブロックとポリブタジエンブロックからなるブロック共重合物と、ポリノルボルネンとの混合物

50 【0054】また、実施例1~6で得られた組成の粒状

(7)

特開平7-268400

11

ノニオン洗剤組成物に、さらに酵素を粉体復合し香料を噴霧し実際の洗濯を行なったところ、特に問題はなく、

12

品質・性能ともに良好であることが確認できた。

*** NOTICES ***

JPO and NCIPPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS**[Claim(s)]**

[Claim 1] The granular Nonion detergent constituent characterized by containing the following (a) - (e) components.

(a) nonionic surface active agent: -- 10 - 70 % of the weight (b) crystallinity aluminosilicate: -- 5 - 50 % of the weight (c) porosity inorganic oxide fine-particles: -- 0.2-% of the weight or more sodium-carbonate [less than 5 % of the weight (d)]: -- 5 % of the weight or more less than 75-% of the weight (e) Nonion gelling agent: -- 0.1 - 50 % of the weight -- [Claim 2] It faces carrying out agitation granulation of the following (a) - (e) components, and manufacturing a detergent particle. (a) -- nonionic surface active agent: -- ten to 70% of the weight (b) -- crystalline aluminosilicate: -- 5 - 50 % of the weight (c) porosity inorganic oxide fine-particles: -- 0.2-% of the weight or more sodium-carbonate [less than 5 % of the weight (d)]: -- 5 % of the weight or more less than 75-% of the weight (e) Nonion gelling agent: -- a 0.1 - 10 % of the weight (e) Nonion gelling agent The manufacture approach of the granular Nonion detergent constituent characterized by adding the liquefied gelling agent dissolved in the solvent at the time of the above-mentioned agitation granulation.

[Claim 3] The following (a) - (e) components are used in the following amount, respectively. (a) -- nonionic surface active agent: -- ten to 70% of the weight (b) -- crystalline aluminosilicate: -- five to 50% of the weight The dissolution of (e) Nonion gelling agent to the (a) nonionic surface active agent beyond at the melting point temperature of a 0.1 - 50 % of the weight (e) Nonion gelling agent (c) -- porosity inorganic oxide fine-particles: -- 0.2-% of the weight or more sodium-carbonate [less than 5 % of the weight (d)]: -- 5 % of the weight or more less than 75-% of the weight (e) Nonion gelling agent: -- The manufacture approach of the granular Nonion detergent constituent characterized by mixing, carrying out agitation granulation of the obtained mixture, (b) crystallinity aluminosilicate, (c) porosity inorganic oxide fine particles, and the (d) sodium carbonate, and considering as a detergent particle.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. *** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the granular detergent constituent which uses a nonionic surface active agent as a principal component and its manufacture approach with few stain broths of the nonionic surface active agent from a product at the time of a mothball.

[0002]

[Description of the Prior Art] Generally a nonionic surface active agent is low-foaming property, and a detergency cannot be easily influenced of hardness and is especially excellent also in the dirt dispersibility in mud dirt or low temperature. Biodegradability is still better, an environmental load is low, and it is the outstanding surfactant which does not have a problem in safety, either in low toxicity. As the manufacture approach of the granular detergent which used this nonionic surface active agent as the principal component, various approaches are proposed by JP,52-101211,A, JP,62-263299,A, JP,57-159898,A, etc., for example.

[0003] However, generally the nonionic surface active agent is liquefied in ordinary temperature, and we are anxious about the stain broth of the nonionic surface active agent from an Nonion granular detergent product to a detergent container. When a nonionic surface active agent oozes out in a detergent container, having a bad influence on aggravation of a product appearance, the fall of the detergency by reduction of the nonionic surface active agent in a container contact part and the fluidity of a detergent particle, and caking-proof nature is also expected.

[0004] this component is powder although the improvement of the stain broth of a nonionic surface active agent is aimed at in JP,4-339898,A by blending amorphous oil absorption nature support 5 to 20% -- if ** is severe and blends so much into a detergent -- the time of manufacture and the use in the case of wash -- raising dust -- many -- generating -- aggravation of workability -- " -- it can steam and there is a problem that the displeasure by "arises.

[0005] Moreover, although the manufacturing method which gels and uses a nonionic surface active agent for JP,4-502423,A is advocated, if it is this approach, migration of a gelation object poses a problem and cannot call it a realistic approach.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention aims at manufacturing the granular Nonion detergent constituent by which "*** [it is a stain]" at the time of a mothball was prevented.

[0007]

[Means for Solving the Problem] We found out that it could solve by blending a nonionic surface active agent, crystalline aluminosilicate, porosity inorganic oxide fine particles, a sodium carbonate, and the Nonion gelling agent in the amount of specification, as a result of examining this problem wholeheartedly. Moreover, as a result of examining this problem wholeheartedly from the field of the manufacture approach, it faces carrying out agitation granulation of a nonionic surface active agent, aluminosilicate, porosity inorganic oxide fine particles, and the sodium carbonate, and manufacturing a detergent particle, and is [0008]. ** By melting the Nonion gelling agent to a solvent, making it

liquefied and carrying out simultaneous adding ** nonionic surface active agent and the Nonion gelling agent or by carrying out dissolution mixing above the melting point of the Nonion gelling agent, and adding in the liquefied condition Or by adding ** Nonion gelling agent to the agitation granulation inside of a plane with a solid-state, header this invention was usually completed for liquefied or a paste-like nonionic surface active agent being gelled by operation of a gelling agent, and being able to solve the problem of the above-mentioned stain broth in ordinary temperature.

[0009] That is, the granular Nonion detergent constituent of this invention is characterized by containing the following (a), (b), (c), (d), and (e) components.

(a) Nonionic surface active agent : 10 - 70 % of the weight.

(b) Crystalline aluminosilicate : 5 - 50 % of the weight.

(c) Porosity inorganic oxide fine particles : less than 5 % of the weight 0.2 % of the weight or more.

(d) Sodium carbonate : less than 75 % of the weight 5 % of the weight or more.

(e) Nonion gelling agent : 0.1 - 50 % of the weight.

[0010] Moreover, the manufacture approach (it is hereafter called A law) of the 1st granular Nonion detergent constituent of this invention is faced carrying out agitation granulation of the following (a) - (e) components, and manufacturing a detergent particle, and is characterized by adding the liquefied gelling agent which made (e) Nonion gelling agent dissolve thru/or disassemble into a solvent at the time of the above-mentioned agitation granulation.

(a) Nonionic surface active agent : 10 - 70 % of the weight.

(b) Crystalline aluminosilicate : 5 - 50 % of the weight.

(c) Porosity inorganic oxide fine particles : less than 5 % of the weight 0.2 % of the weight or more.

(d) Sodium carbonate : less than 75 % of the weight 5 % of the weight or more.

(e) Nonion gelling agent : 0.1 - 10 % of the weight.

[0011] Furthermore, the manufacture approach (it is hereafter called B law) of the 2nd granular Nonion detergent constituent of this invention Use the following (a) - (e) components in the following amount, respectively, and (e) Nonion gelling agent is dissolved in the (a) nonionic surface active agent above the melting point temperature of (e) Nonion gelling agent. It is characterized by mixing, carrying out agitation granulation of the obtained mixture, (b) crystallinity aluminosilicate, (c) porosity inorganic oxide fine particles, and the (d) sodium carbonate, and considering as a detergent particle.

[0012] (a) Nonionic surface active agent : 10 - 70 % of the weight.

(b) Crystalline aluminosilicate : 5 - 50 % of the weight.

(c) Porosity inorganic oxide fine particles : less than 5 % of the weight 0.2 % of the weight or more.

(d) Sodium carbonate : less than 75 % of the weight 5 % of the weight or more.

(e) Nonion gelling agent : 0.1 - 50 % of the weight.

[0013] Moreover, the manufacture approach (it is hereafter called the C method) of the 3rd granular Nonion detergent constituent of this invention is characterized by carrying out agitation granulation of the following (a) - (e) components, and considering as a detergent particle.

(a) Nonionic surface active agent : 10 - 70 % of the weight.

(b) Crystalline aluminosilicate : 5 - 50 % of the weight.

(c) Porosity inorganic oxide fine particles : less than 5 % of the weight 0.2 % of the weight or more.

(d) Sodium carbonate : less than 75 % of the weight 5 % of the weight or more.

(e) Nonion gelling agent : 0.1 - 50 % of the weight.

[0014]

[Embodiment of the Invention] The following can be mentioned as a nonionic surface active agent used by this invention.

(1) They are carbon numbers 6-22 and the polyoxyalkylene alkyl (or alkenyl) ether which added preferably an average of 3-30 mols of 7-20 mols of alkylene oxide of carbon numbers 2-4 to the fatty alcohol of 8-18. Also in this, the polyoxyethylene alkyl (or alkenyl) ether and the polyoxyethylene polyoxypropylene alkyl (or alkenyl) ether are suitable.

[0015] (2) Aliphatic alkylester alkoxylate shown by the general formula (I) of the following-izing 1 which alkylene oxide added in the intervals of [ester join] polyoxyethylene alkyl (or alkenyl) phenyl

ether (3) long-chain-fatty-acid alkyl ester [0016]

[Formula 1]

R1 CO (OA) nOR2 -- (I)

(R1 CO: Carbon numbers 6-22, preferably the carbon numbers 2-4 of the fatty-acid residue

OA:OCH₂CH₂ grade of 8-18, preferably the number of average addition mols of alkylene oxide shown

[The addition unit n of the alkylene oxide of 2-3 :] 3-30, preferably several R2 : of 7-20 Low-grade alkyl group of carbon numbers 1-3)

[0017] (4) Polyoxyethylene-sorbitan-fatty-acid-ester (5) polyoxyethylene sorbitol fatty-acid-ester (6) polyoxyethylene fatty-acid-ester (7) polyoxyethylene hydrogenated-castor-oil (8) glycerine fatty acid ester [0018] The fatty-acid methyl ester ethoxy rate which ethylene oxide added to the polyoxyethylene alkyl (or alkenyl) ether and fatty-acid methyl ester also in the above-mentioned nonionic surface active agent is used especially suitably. (a) Agitation granulation of the nonionic surface active agent of a component is preferably blended and carried out in 10 - 60% of the weight of an amount ten to 70% of the weight. If these loadings cannot employ efficiently the washing property which excelled [% of the weight / less than 10] in the nonionic surface active agent but, on the other hand, exceed 70 % of the weight, the adhesion to the agitation granulation inside of a plane will increase remarkably, and a granulation will become difficult.

[0019] (b) As crystalline aluminosilicate of a component, permutite with a mean particle diameter of 0.1-10 micrometers etc. is used suitably. (b) Agitation granulation of the crystalline aluminosilicate of a component is preferably blended and carried out in the amount of 20 to 40 weight five to 50% of the weight. At less than 5 % of the weight, a granulation object serves as the shape of pelletizing or a paste, it becomes impossible corning these loadings, on the other hand, if it exceeds 50 % of the weight, granulation time amount will be prolonged and production capacity will decline.

[0020] (c) as the porosity inorganic oxide fine particles of a component -- SiO₂ a part -- what is included 50% of the weight or more is suitable, and amorphous silica (trade name: TOKUSHIRU (Tokuyama Soda), Aerosil (Japanese Aerosil)), a crystalline calcium silicate (trade name: flow light (Tokuyama Soda)), a crystalline magnesium silicate (trade name: wollastonite (wood formation)), etc. are mentioned. (c) The porosity inorganic oxide fine particles of a component are preferably blended in 1 - 4% of the weight of an amount less than 5% of the weight 0.2% of the weight or more at the time of agitation granulation. At less than 0.2 % of the weight, a granulation object serves as the shape of pelletizing or a paste, it becomes impossible corning these loadings, on the other hand, at 5 % of the weight or more, the dusting characteristics of a product get worse and there is concern which problems, such as "MUSE", produce at the time of use.

[0021] (d) As a sodium carbonate of a component, there are high calcium carbonate sodium (trade name: granular ash (Asahi Chemical)) of bulk density, a low light sodium carbonate (trade name: light soda ash (Asahi Chemical)) of bulk density, etc. (d) The sodium carbonate of a component is blended at the time of agitation granulation so that it may be contained in less than 75% of the weight of an amount 5% of the weight or more. If these loadings become 75 % of the weight or more, granulation time amount will become long and production capacity will decline. (d) The sodium carbonate of a component is preferably blended in 10 - 60% of the weight of an amount.

[0022] (e) The Nonion gelling agent of a component gels a nonionic surface active agent, and the matter of an amino acid system like derivatives, such as the 12-hydroxy stearin acid generally known as an oil gelling agent, a JIBEN zylidene sorbitol, metallic soap, an amide of N-acylamino acid, ester, and an amine salt, as the example, the block copolymer which consists of a polystyrene block and a polybutadiene block, poly norbornene, etc. are mentioned. Here, as metallic soap, lithium stearate, aluminum palmitate, 2-ethylhexanoic acid lithium, etc. are used.

[0023] As a gelling agent of an amino acid system, there are a lauroyl glutamic-acid dibutyl amide, a JIKAPUROIRU lysine lauryl amide, JIKAPUROIRU lysine lauryl ester, etc. Moreover, there is dextrin palmitic-acid ester etc. as dextrin fatty acid ester.

[0024] (e) Also in the Nonion gelling agent of a component, a JIBEN zylidene sorbitol and an amino acid system gelling agent are desirable in A law of this invention. In A law of this invention, the Nonion

gelling agent of the (e) component is blended 0.1 to 10% of the weight into an agitation granulation object, and is blended one to 9% of the weight preferably. When these loadings are less than 0.1 % of the weight, it becomes impossible to disregard the effect which the solvent which is the stain of a nonionic surface active agent, and will dissolve if the prevention effectiveness is low and, on the other hand, exceeds 10 % of the weight has on granulation nature.

[0025] On the other hand, in B law and the C method of this invention, the Nonion gelling agent of the (e) component is blended 0.1 to 50% of the weight into a detergent constituent, and is blended two to 40% of the weight preferably. If it is the stain of a nonionic surface active agent, and the prevention effectiveness is low and, on the other hand, exceeds 50 % of the weight when these loadings are less than 0.1 % of the weight, the solubility of a detergent particle will get worse and it will have a bad influence on a detergency.

[0026] Moreover, in the C method of this invention, the fine particles of the block copolymerization object which consists of a polystyrene block and a polybutadiene block as an Nonion gelling agent, poly norbornene, etc. are desirable.

[0027] Into the granular Nonion detergent constituent of this invention, the following components usually blended with the detergent raw material can be blended, and these may be blended at the time of agitation granulation, and may carry out powder mixing to the detergent particle obtained by the granulation.

[0028] (1) -- minerals alkali builder: -- (2) fluorescence agents, such as potassium carbonate, a sodium sulfite, and a specific silicate, -- (3) enzyme:lipase, such as :bis(triazinylamino)stilbene disulfonate derivative and a screw (sulfo styryl) biphenyl salt [Tinopal CBS], a protease, a cellulase, an amylase [0029], etc. (4) bleaching agent: -- (6) surface-treatment agents, such as (5) antistatic-agent:dialkyl mold quarternary ammonium salt, such as percarbonate, such as a fault sodium carbonate, and a perboric acid salt, and tertiary amine, -- a (7) anionic-surfactant [, such as :bentonite and a kaolinite,]:alpha-sulfo fatty-acid methyl ester salt, linear alkylbenzene sulfonate, alpha-olefin sulfonate [0030], etc. Next, sequential explanation is given in the order of A law, B law, and the C method about a concrete agitation granulation process. In A law of this invention, in advance of agitation granulation, the Nonion gelling agent of the (e) component is dissolved into a solvent, and it considers as a liquefied gelling agent. As a solvent, a proper thing is used according to the Nonion gelling agent, for example, heat ethanol and an acetic acid are illustrated for dimethylformamide, dimethyl sulfoxide, a N-methyl-2-pyrrolidone, etc. to a JIBEN zylidene sorbitol to an amino acid system oil gelling agent. 1 - 20 % of the weight is suitable for the concentration of the Nonion gelling agent in a liquefied gelling agent, and it is 5 - 15 % of the weight more preferably. Thereby, gelation and homogeneity distribution of a nonionic surface active agent are attained certainly, and the stain broth of the nonionic surface active agent at the time of preservation can be prevented further.

[0031] subsequently, the crystalline aluminosilicate of the (a) nonionic surface active agent which is an indispensable component, and the (b) component, the porosity inorganic oxide fine particles of the (c) component and the sodium carbonate of the (d) component, or the arbitration component of further others -- agitation granulation -- carrying out -- carrying out -- the shape of a powder with a mean particle diameter of 300-3000 micrometers -- there is nothing -- a granularity detergent particle is obtained.

[0032] A fine-particles raw material is fed into agitation granulation equipment, agitating, it adds according to spraying etc. and, specifically, agitation granulation of a nonionic surface active agent and the liquefied gelling agent is carried out. Into the detergent particle obtained, a nonionic surface active agent gels, homogeneity distribution is carried out, and the stain broth of a nonionic surface active agent is prevented.

[0033] Agitation granulation is preceded in B law of this invention. At the temperature beyond the melting point temperature of the gelling agent of the (e) component (a) The Nonion gelling agent of the (e) component is dissolved in the nonionic surface active agent of a component. The crystalline aluminosilicate of the (b) component which it mixes and is an indispensable component of this mixture and others, (c) Agitation granulation of the sodium carbonate of the porosity inorganic oxide fine

particles of a component and the (d) component or the arbitration component of further others is carried out, and the shape of a powder with a mean particle diameter of 300-3000 micrometers and a granularity detergent particle are obtained. A fine-particles raw material is fed into agitation granulation equipment, agitating, it adds according to spraying etc. and, specifically, agitation granulation of the liquefied gelling agent is carried out. Homogeneity distribution of the nonionic surface active agent is gelled and carried out in the detergent particle, and the stain broth of a nonionic surface active agent is prevented. [0034] By the C method of this invention, agitation granulation of (a), (b), (c), (d), the (e) component, or the arbitration component of further others is carried out, and the shape of a powder with a mean particle diameter of 300-3000 micrometers and a granularity detergent particle are obtained. Specifically, agitation granulation of a fine-particles raw material and the nonionic surface active agent is carried out. Homogeneity distribution of the nonionic surface active agent is gelled and carried out in the detergent particle, and the stain broth of a nonionic surface active agent is prevented. (e) As an Nonion gelling agent of a component, the fine particles of the block copolymerization object which consists of a polystyrene block and a polybutadiene block, poly norbornene, etc. are suitable.

[0035] Moreover, also in any of the A above-mentioned law, B law, and the C method, a coating agent can be added and coated to the detergent particle by which agitation granulation was carried out, and flowability can also be improved.

[0036] As a coating agent, the minerals fine particles whose 200 mesh screen passing material of JIS is 50% or more are suitable, and aluminosilicate, such as silicates, such as carbonates, such as a sodium carbonate and a calcium carbonate, amorphous silica, a calcium silicate, and a magnesium silicate, and a zeolite, etc. is used in material.

[0037] As for a coating agent, it is desirable to use it in the amount blended 0.5 to 15% of the weight into the constituent of this invention, and it is 1 - 10 % of the weight more preferably. Furthermore, other arbitration components, such as an enzyme, can also be **(ed) outside by powder mixing etc. if needed.

[0038]

[Effect of the Invention] According to this invention, the exudation of a nonionic surface active agent can be prevented by blending a nonionic surface active agent, crystalline aluminosilicate, porosity inorganic oxide fine particles, a sodium carbonate, and the Nonion gelling agent, and considering as a granular Nonion detergent constituent. This granular Nonion detergent constituent can be manufactured by carrying out agitation granulation of each above-mentioned component.

[0039] Moreover, according to A law of this invention, the granular Nonion detergent constituent by which the stain broth of a nonionic surface active agent was prevented is obtained by dissolving the Nonion gelling agent in a solvent, considering as a liquefied gelling agent, and adding and carrying out agitation granulation of the above-mentioned liquefied gelling agent at the time of granulation of a nonionic surface active agent, crystalline aluminosilicate, porosity inorganic oxide fine particles, and a sodium carbonate.

[0040] After dissolving the Nonion gelling agent in a nonionic surface active agent above that melting point temperature and mixing according to B law of this invention furthermore, by carrying out agitation granulation of this mixture, crystalline aluminosilicate, porosity inorganic oxide fine particles, and the sodium carbonate, the stain broth of a nonionic surface active agent is prevented, and the granular Nonion detergent constituent which was moreover excellent in solubility is obtained.

[0041]

[Example] In the example, the following test methods estimated each sample.

[0042] It is [stain and the box with a die-length [of 15cm] x width [of 9.3cm] x height of 18.5cm was produced using the paper which consists of three layers, a coat board (350 g/m²), wax sand paper (30 g/m²), and kraft pulp paper (70 g/m²), from the trial] outside. 1.5kg of samples was paid to this box, all detergents were taken out after preservation for 40 days in the air conditioned room of 35 degrees C and 85%RH, and viewing estimated the degree of the stain broth of a contact part with the detergent inside a box on the following criteria.

O x in which **; stain broth; stain broth is not accepted to be is accepted for a while; [0043] in which

many stain broths are accepted 5-degree C tap water was put into the [dissolution sex-test] 500ml beaker, 5g of detergent products was thrown in, and it agitated on condition that 250rpm for 5 minutes. It melted, the detergent particle which remains was taken out on nylon cloth, it dried at 105 degrees C for 60 minutes, weight was measured, and the following criteria estimated.

O; the amount of [in an input] dissolved residue is [the amount of / in a less than 0 - 5 % of the weight **; input / dissolved residue / a part for the dissolved residue in a less than 5 - 20 % of the weight x; input] 21 % of the weight or more [0044]. The granular Nonion detergent constituent was manufactured according to the manufacture approach (A law) of example 1 this invention. 10% of the weight of water was mixed in the alcoholic solution which dissolved N-RAURORIRU glutamic-acid dibutyl amide (Ajinomoto Co., Inc. make) as an Nonion gelling agent -1 so that it might become heat ethanol with concentration 8% of the weight, and the liquefied gelling agent was prepared.

[0045] The fine-particles raw material (sum total volume 8L) shown in Table 1 was fed into the rhe DIGE mixer (made in Matsusaka Research Institute, M-20 mold), and churning of a main shaft (200rpm) and a chopper (6000rpm) was started. The whole-quantity injection of the nonionic surface active agent of Table 1 was carried out in 1 minute at this.

[0046] Subsequently, it added so that it might become 1.3% by using the above-mentioned liquefied gelling agent as the Nonion gelling agent, agitation granulation was carried out until it became 400 micrometers of mean diameters, and it coated with zeolite impalpable powder, and the granular Nonion detergent constituent of this invention was manufactured. It was the stain of this detergent constituent, and solubility was evaluated and that result was shown in Table 1.

[0047] The granular Nonion detergent constituent was manufactured according to the manufacture approach (B law) of two to example 4 this invention. It dissolved in the nonionic surface active agent of the amount which heats 12-hydroxy stearin acid (Kawaken Fine Chemicals Co., Ltd. make) at 80 degrees C as an Nonion gelling agent -2 of the amount shown in Table 1, and is shown in Table 1, and the liquefied nonionic surface active agent (the Nonion gelling agent content) was prepared.

[0048] The fine-particles raw material (sum total volume 8L) shown in Table 1 was fed into the rhe DIGE mixer (made in Matsusaka Research Institute, M-20 mold), and churning of a main shaft (200rpm) and a chopper (6000rpm) was started. The whole-quantity injection of the above-mentioned nonionic surface active agent Nonion gelling agent content was carried out in 1 minute at this. Agitation granulation was carried out until it became 400 micrometers of mean diameters, and it coated with zeolite impalpable powder, and the granular Nonion detergent constituent of this invention was manufactured. It was the stain of this detergent constituent, and solubility was evaluated and that result was shown in Table 1.

[0049] The granular Nonion detergent constituent was manufactured according to the manufacture approach (B law) of example 5 this invention. It dissolved in the nonionic surface active agent of the amount which shows soap (Product made from lion OREO chemical) in Table 1 heated at 80 degrees C as an Nonion gelling agent -3 of the amount shown in Table 1, and the liquefied nonionic surface active agent (the Nonion gelling agent content) was prepared. The same actuation as an example 2 was performed for this nonionic surface active agent (the Nonion gelling agent content), addition and agitation granulation were performed in the fine-particles raw material of a rhe DIGE mixer, and the granular Nonion detergent constituent of this invention was manufactured. It was the stain of this detergent constituent, and solubility was evaluated and that result was shown in Table 1.

[0050] The granular Nonion detergent constituent was manufactured according to the manufacture approach (the C method) of example 6 this invention. Using the fine particles (KF-21, product made from KF tray DINGU) containing the block copolymerization object which consists of a polystyrene block and a polybutadiene block as an Nonion gelling agent -4 of the amount shown in Table 1, this was supplied to the rhe DIGE mixer (made in Matsusaka Research Institute) with other powder raw materials (volume 8L), and churning of a main shaft (200rpm) and a chopper (6000rpm) was started. The whole-quantity injection of the nonionic surface active agent was carried out in 1 minute at this. Agitation granulation was carried out until it became 400 micrometers of mean diameters, and it coated with zeolite impalpable powder, and the granular Nonion detergent constituent of this invention was

manufactured. It was the stain of this detergent constituent, and solubility was evaluated and that result was shown in Table 1.

[0051] In the amount of presentations shown in example of comparison 1 table 1, the same actuation as an example 2 was performed, and the Nonion detergent constituent was manufactured. It was the stain of this detergent constituent, and solubility was evaluated and that result was shown in Table 1.

[0052] With the constituent shown in example of comparison 2 table 1, the same actuation as an example 4 was performed, and the Nonion detergent constituent was manufactured. It was the stain of this detergent constituent, and solubility was evaluated and that result was shown in Table 1.

[0053]

[Table 1]

Table 1: Detergent presentation and evaluation result
Fruit ** Example Example of a comparison
Presentation (% of the weight) : 1 2 3 4 5 6 1 2 (a) Nonionic surface active agent AE Nonion 25 12 25
48 25 - 25 - FME Nonion - - - - 25 - 12 (b) Particle zeolite 30 35 3530 35 30 30 12 (c) Amorphous
silica 4 2 2 4 2 4 4 2 (d) Sodium carbonate 28 3421 2 21 19 29 10 (e) Nonion gelling agent Gelling
agent -1 1.3 - - - - Gelling agent -2 - 4 4 4 - - 55 Gelling agent-3- - - 4 - - Gelling agent-4- - - 10
- - Little component BA RA N SU Evaluation result: It oozes out. O O O O O O ** O Solubility O O
OO O O O x (**)

AE Nonion: Polyoxyethylene alkyl ether which made an average of nine mols of ethylene oxide add to the fatty-acid alcohol of carbon numbers 12-15 (the product made from LION Chemistry, DOBANOKKUSU25I)

FME Nonion: C15H31CO(OCH₂CH₂)₈OCH₃ (the product made from LION Chemistry, fatty-acid methylethoxy rate)

Particle zeolite: Siluton B (Tokuyama Soda Co., Ltd. make)

Amorphous silica: TOKUSHIRU N (Tokuyama Soda Co., Ltd. make)

Sodium carbonate: Light soda ash (Asahi Glass Co., Ltd. make)

Gelling-agent-1: N-lauroyl glutamic-acid dibutyl amide (Ajinomoto Co., Inc. make)

Gelling agent-2:12-hydroxy stearin acid (Kawaken Fine Chemicals Co., Ltd. make)

Gelling agent -3: Soap (alkyl group carbon number = 18, LION make)

Gelling-agent-4: The block copolymerization object which consists of KF21 (product made from KF tray DINGU), a polystyrene block, and a polybutadiene block, and mixture with poly norbornene [0054]
Moreover, when powder mixing of the enzyme was further carried out to the granular Nonion detergent constituent of the presentation acquired in the examples 1-6, perfume was sprayed and actual wash was performed, it is satisfactory and quality and the engine performance have checked the good thing.

[Translation done.]